

ХИМИЯ И ТЕХНОЛОГИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

УДК 541.49+546.666:14+546.669:14+547.66.062.855.52

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ КОМПЛЕКСЫ БРОМИДОВ ЭРБИЯ И ЛЮТЕЦИЯ С АЦЕТАМИДОМ

Л.Ю. Аликберова, профессор, *Д.В. Альбов, научный сотрудник,
П.С. Кибальников, студент, Г.А. Федорова, заведующий лабораторией,
М.Г. Зайцева, старший научный сотрудник

кафедра Неорганической химии МИТХТ им. М.В. Ломоносова, Москва, 119571 Россия

* МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Москва, 119991 Россия

e-mail: alikberovalyu@mail.ru

Синтезированы ранее не описанные ацетамидные комплексные соединения бромидов эрбия и лютеция состава $\text{LnBr}_3 \cdot 4\text{AA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, ($\text{Ln} = \text{Er}, \text{Lu}$; AA – ацетамид). Полученные комплексные соединения охарактеризованы методами химического анализа, ИК-спектроскопии и РСА. Показано, что координация лигандов (молекул воды и ацетамида) осуществляется через атомы кислорода, а координационный полиэдр представляет собой искаженную квадратную антипризму ($\text{KЧ} = 8$). Бромид-ионы не координированы и находятся во внешней сфере. Проведена оценка степени ионности связи центрального атома с ацетамидом и сравнение структурных характеристик комплексов состава $[\text{Ln}(\text{L}_4(\text{H}_2\text{O})_4)\text{Br}_3]$ ($\text{Ln} = \text{Er}, \text{Lu}$; $\text{L} = \text{AA}$).

Ключевые слова: комплексные соединения, эрбий, лютеций, ацетамид, бромид, структура, координационный полиэдр.

Амидные соединения характеризуются способностью образовывать многочисленные водородные связи, объединяющие их молекулы в супрамолекулярные ансамбли, структуры туннельного и/или клатратного типа. В ряде случаев такие особенности свойственны и комплексам различных металлов с амидами. Поэтому координация амидов различными комплексообразователями и структура соответствующих комплексов привлекает внимание многих исследователей. В частности, активно изучаются комплексные производные одного из простейших амидов – ацетамида CH_3CONH_2 (AA), который в большинстве случаев координируется атомами *s*-, *p*- или *d*-элементов через атом кислорода [1], хотя существуют примеры координации через атом азота амидной группы [2].

Однако взаимодействие солей РЗЭ с AA изучено слабо. Так, имеются сведения о получении $\text{Ce}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{AA} \cdot \text{H}_2\text{O}$ [3], $\text{LaCl}_3 \cdot 5\text{AA} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [4], $\text{YCl}_3 \cdot 4\text{AA} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [5], но сведения о структурах этих соединений отсутствуют. Выделены комплексные соединения иодидов РЗЭ состава $[\text{Ln}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{I}_3$ ($\text{Ln} = \text{La}, \text{Gd}, \text{Er}$ [6], $\text{Nd}, \text{Eu}, \text{Dy}, \text{Ho}, \text{Y}$ [7] и $\text{Ce}, \text{Pr}, \text{Sm}, \text{Tb}, \text{Tm}, \text{Yb}, \text{Lu}$ [8]). По данным РСА, структура этих комплексных соединений однотипна и включает комплексные катионы $[\text{Ln}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]^{3+}$ ($\text{KЧ} = 8$, координационный полиэдр – искаженная квадратная антипризма) и внешнесферные иодид-ионы. Анализ стереохимических характеристик катионов позволил авторам [8] сделать вывод о ионном характере связи металл–лиганд (AA). При этом они воспользовались ранее разработанными критериями [9, 10].

Нами синтезирован и изучен комплекс хлорида иттрия состава $[\text{Y}(\text{AA})_5(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_3$ [11]. Установлено, что хлорид-ионы не входят в

внутреннюю сферу комплекса, а координация ацетамида в комплексном катионе осуществляется через атомы кислорода; координационный полиэдр представляет собой искаженную пентагональную бипирамиду ($\text{KЧ} = 7$). Исследование комплексных соединений хлорида и бромида самария состава $[\text{Sm}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и $[\text{Sm}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Br}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [12] показало, что во внутренней сфере координированы 4 молекулы ацетамида и 4 молекулы воды, причем координация AA с металлом осуществляется через атомы кислорода. Форма координационных полиэдров атомов Sm – переходная между тетрагональной антипризмой и додекаэдром, $\text{KЧ} = 8$. Соединения самария содержат одну внешнесферную молекулу воды, а бромид- и хлорид-ионы не координированы и находятся во внешней сфере. Отмечено наличие в структурах кристаллических комплексов большого числа водородных связей. Сведения о комплексных соединениях бромидов других РЗЭ с ацетамидом в литературе отсутствуют. Цель настоящей работы – синтез и исследование строения ацетамидных комплексов бромидов, эрбия и лютеция.

Экспериментальная часть

Исходными веществами служили ацетамид (AA) CH_3CONH_2 квалификации «х.ч.» и препараты $\text{LnBr}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ($\text{Ln} = \text{Er}, \text{Lu}$), синтезированные из оксидов эрбия и лютеция по реакции с бромоводородной кислотой (квалификация «ч.д.а.»), взятой в 35–40%-ном избытке, по методике, описанной в [13]. Полученные растворы бромидов эрбия и/или лютеция выпаривали при нагревании до начала выделения кристаллов, охлаждали, отделяли кристаллы от маточного раствора вакуумным фильтрованием на пористом стеклянном фильтре и выдерживали в эксикаторе над гидроксидом калия до постоянной массы.

Соединения анализировали на содержание РЗЭ трилонометрическим методом [14]; на азот, углерод и водород – на элементном анализаторе CHNS Flash EA1112 фирмы Thermo Finnigan (Италия). Ошибка определения С, Н, N составляла 0.2–0.3%.

Синтез ацетамидных комплексных соединений вели, смешивая $\text{LnBr}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и АА в молярных соотношениях 1 : 4 и 1 : 6. Для гомогенизации раствора добавляли несколько капель воды. Из полученных прозрачных растворов через 2–3 недели выпадали кристаллы, форма которых отвечала комбинации косоугольной призмы и пинакоида, розового в случае эрбия или светло-желтого – в случае лютеция – цвета. Кристаллы гигроскопичны и расплывались во влажном воздухе. Однако длительное выдерживание их в эксикаторе над оксидом фосфора(V) приводило к выветриванию и в дальнейшем – к потере части воды.

Вычислено $\text{ErBr}_3 \cdot 4\text{AA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (I) (%): С, 13.22; Н, 3.75; N, 7.37; Er, 23.82. Найдено (%): С, 13.43; Н, 3.92; N, 7.83; Er, 23.39¹.

Вычислено $\text{LuBr}_3 \cdot 4\text{AA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (II) (%): С, 13.32; Н, 3.94; N, 7.70; Lu, 24.37. Найдено (%): С, 13.28; Н, 3.87; N, 7.75; Lu, 24.21.

ИК-спектры поглощения новых комплексных соединений получали на ИК-Фурье-спектрометре EQUINOX 55, «BRUKER», (Германия). Результаты измерений приведены в табл. 1.

Экспериментальные интенсивности дифракционных отражений получали при комнатной температуре на дифрактометре CAD4 [15] (AgK_α -излучение, графитовый монохроматор, ω/θ -сканирование). Параметры элементарной ячейки определяли и уточняли по 25 рефлексам в интервале углов $\theta = 11^\circ\text{--}12^\circ$. Поправка на поглощение сделана методом Ψ -сканирования отдельных рефлексов.

Таблица 1. Частоты (см^{-1}) максимумов основных полос поглощения в ИК-спектрах ацетамида и исследуемых комплексных соединений I и II

Ацетамид	I	II	Отнесение полос
1048	1046	1047	$\nu_s(\text{CN})$
1150	1121	1123	$\rho(\text{NH}_2)$
1396	1396	1358 1397	$\nu(\text{CN})$
1450	1469	1467	$\delta(\text{CH}_3)$
1606	1596	1598	$\delta(\text{NH}_2) + \nu(\text{CO})$
1672	1653	1656	$\nu(\text{CO}) + \delta(\text{NH}_2) + \delta(\text{HOH})$
2820	2204 2475 2762	2240 2360 2475 2784	$\nu(\text{CH})$
3202 3374	3181 3349	3187 3331	$\nu(\text{OH}) + \nu(\text{NH})$

Первичную обработку массива экспериментальных данных проводили по комплексу программ WinGX [16]. Все последующие расчеты выполняли в рамках комплекса программ SHELX97 [17]. Кристаллическую структуру определяли прямыми методами с последующим уточнением позиционных и тепловых параметров в анизотропном приближении для всех неводородных атомов. Атомы водорода в молекулах ацетамида вводили в вычисленные позиции и включали в уточнение методом наездника. Водородные атомы воды из остаточной

электронной плотности обнаружить не удалось, их корректный расчет невозможен. Рисунки 1–4 получали с помощью программы Mercury [18]. Координаты атомов и другие параметры кристаллической структуры синтезированных соединений депонированы в Кембриджском банке структурных данных: CCDC 924885 (I), CCDC 924886 (II); <http://www.ccdc.cam.ac.uk>; e-mail: data_request@ccdc.cam.ac.uk. Кристаллографические характеристики представлены в табл. 2.

¹Отклонения в содержании С, Н, N, Ln в комплексах I и II могут быть обусловлены гигроскопичностью веществ.

Таблица 2. Кристаллографические характеристики, детали рентгенодифракционного эксперимента и уточнения структуры комплексов **I** и **II**

Параметр	Значение	
	I	II
Эмпирическая формула	$C_8H_{28}Br_3ErN_4O_8$	$C_8H_{28}Br_3LuN_8O_8$
Молекулярная масса	715.33	723.04
Сингония	Моноклинная	Моноклинная
Пространственная группа	$P2/n$	$P2/n$
a , Å	7.757(7)	7.750(2)
b , Å	10.1312(18)	10.118(3)
c , Å	14.237(4)	14.231(6)
α , град.	90.00	90.00
β , град.	97.69(5)	97.63(3)
γ , град.	90.00	90.00
V , Å ³	1108.8(10)	1106.1(7)
T , К	293(2)	293(2)
Z	2	2
$\rho_{\text{выч.}}$, г/см ³	2.143	2.183
Излучение	AgK_{α}	AgK_{α}
$\mu(K_{\alpha})$, мм ⁻¹	4.946	5.322
Область углов θ , град.	1.59–20.96	1.59–21.97
Область индексов h, k, l	$-9 \leq h \leq 9; 0 \leq k \leq 12$ $0 \leq l \leq 18$	$-10 \leq h \leq 10; 0 \leq k \leq 13$ $0 \leq l \leq 18$
Размеры кристалла, мм	0.30×0.30×0.30	0.30×0.30×0.30
Объем эксперимента	2418	2759
Независимых отражений	2418	2759
Кол-во отражений $s \geq 2\sigma(I)$	1806	2286
Кол-во отражений в МНК / кол-во уточняемых параметров	2418/130	2759/131
Goof	1.027	1.043
R -фактор [$I \geq 2\sigma(I)$]	0.0448/0.0831	0.0309/0.0631
R_1/wR_2		
$\Delta\rho_{\text{max}}/\Delta\rho_{\text{min}}$, э/Å ³	0.814/-0.854	0.721/-0.570

Результаты и их обсуждение

Нами показано, что синтезированные комплексы **I** и **II** в основном сходны с изученными ранее ацетамидными комплексами галогенидов РЗЭ. Характер ИК-спектров (табл. 1) позволяет сделать предварительные выводы о типе координации лиганда. Так, смещение полос поглощения при 1606 и 1672 см⁻¹, включающих валентные колебания связей СО и деформационные колебания NH₂, в сторону более низких частот (соответственно, 1596 и 1653 см⁻¹ для **I**, 1598 и 1656 см⁻¹ для **II**), по-видимому, обусловлено ослаблением связи С–О в результате образования комплексообразования лиганда с металлом через атом кислорода [19]. Следова-

тельно, можно сделать вывод о координации ацетамида атомами РЗЭ через атом кислорода карбонильной группы.

РСА выделенных ацетамидных комплексов показал, что в кристаллах **I** и **II** присутствуют комплексные катионы $[Ln(H_2O)_4(AA)_4]^{3+}$; КЧ центрального атома равно 8 (рис. 1 и 2). Ацетамид координируется через атом кислорода, бромид-ионы не входят во внутреннюю сферу комплекса и удерживаются в структуре водородными связями. В обоих комплексах две кристаллографически эквивалентные молекулы ацетамида разупорядочены между двумя положениями с заселенностью 0.452(12):0.548(12) для **I** и 0.500(9):0.500(9) для **II**.

Известно, что из всех возможных полиэдров для комплекса состава $[M(\text{монодентатный лиганд } A)_4(\text{монодентатный лиганд } B)_4]$ наиболее устойчивы квадратная антипризма и додекаэдр [19]. Чтобы определить форму координационного полиэдра, мы использовали известный критерий [20], основанный на измерении двугранных углов δ между гранями, пересекающимися по ребрам типа b . Критерий δ позволяет установить образование додекаэдра, квадратной антипризмы либо тригональной призмы с двумя дополнительными вершинами над центрами двух прямоугольных граней. В додекаэдре в вершинах типа A сходятся по 4, а в вершинах типа B – по 5 ребер; ребра b связывают вершины типа B . В идеальном додекаэдре $\delta_1=\delta_2=\delta_3=\delta_4=29.5^\circ$, в антипризме $\delta_1=\delta_2=0$, $\delta_3=\delta_4=52.5^\circ$. В структурах изученных нами

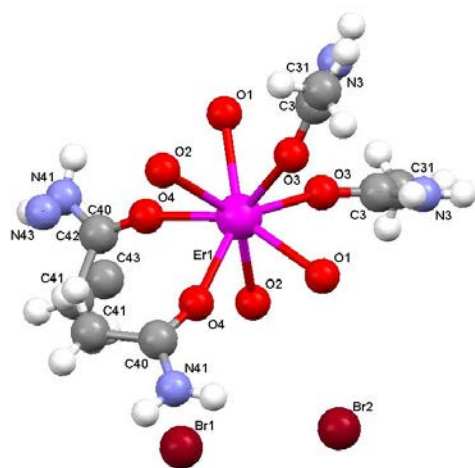


Рис. 1. Строение комплексного соединения $[\text{Er}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Br}_3$ (**I**).

Значения некоторых длин связей d , Å и отдельные валентные углы ω (град.) в структуре **I**:
 $\text{Er}(1)–\text{O}(4) = 2.267(5)$, $\text{Er}(1)–\text{O}(3) = 2.285(6)$,
 $\text{Er}(1)–\text{O}(1) = 2.381(5)$, $\text{Er}(1)–\text{O}(2) = 2.406(6)$;
 $\text{C}(3)–\text{O}(3)–\text{Er}(1) = 152.2(7)$,
 $\text{C}(4)–\text{O}(4)–\text{Er}(1) = 161.7(6)$.

Структурные характеристики комплексного катиона можно использовать для оценки характера химической связи металл–ацетамид [9, 10]. Так, в случае чисто ковалентной связи перекрытие между металлом и sp^2 -гибризированной орбиталью кислорода будет оптимальным, если угол $M–O–C$ близок к 120° , и при этом катион металла лежит в плоскости амидного лиганда (метильная группа ацетамида не рассматривается). Если связь чисто ионная, то оптимальное взаимодействие отвечает такому расположению атома металла, которое совпадает с вектором дипольного момента лиганда, а именно когда угол $M–O–C$ равен 154° и расстояние между атомами металла и кислорода близко к 2.5 Å. Сравнивая результаты определения углов $\text{Ln}–\text{O}–\text{C}$ в структуре ацетамидных комплексов иодидов РЗЭ с этими пре-

соединений **I** и **II** измерения показали, что $\delta_1=1.88^\circ$ и 1.98° , $\delta_2=2.04^\circ$ и 2.92° , достаточно близко к нулевому значению этих углов, характерному для квадратной антипризмы. Двугранные углы δ_3 для **I** равны 44.16° , 53.18° , 41.16° и 53.18° (среднее значение $\delta_3=47.92^\circ$), $\delta_4 = 57.70^\circ$, 51.95° , 51.95° и 57.70° (среднее значение $\delta_4=54.82^\circ$); а δ_3 для **II** – 44.73° , 52.82° , 41.12° и 52.82° (среднее значение $\delta_3=47.87^\circ$), $\delta_4 = 57.70^\circ$, 52.36° , 52.36° и 57.70° (среднее значение $\delta_4=55.03^\circ$). Очевидно, отклонения этих величин от $\delta_3=\delta_4=52.5^\circ$ (квадратная антипризма) (52.5°), можно отнести к искажению данного полиэдра при координации разноименных лигандов (вода, ацетамид). Таким образом, форма координационного полиэдра для **I** и **II** – искаженная квадратная антипризма.

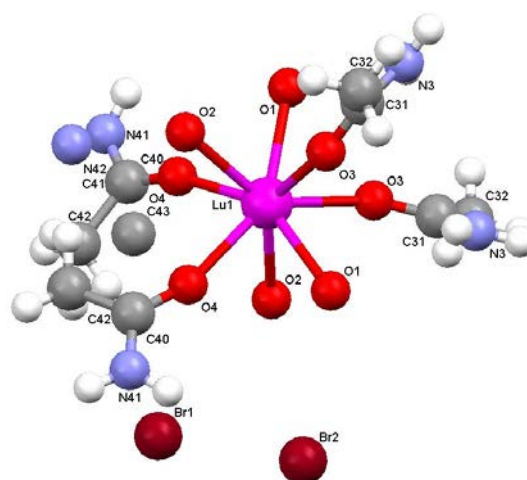


Рис. 2. Строение комплексного соединения $[\text{Lu}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Br}_3$ (**II**).

Значения некоторых длин связей d , Å и отдельные валентные углы ω (град.) в структуре **II**:
 $\text{Lu}(1)–\text{O}(4) = 2.265(3)$, $\text{Lu}(1)–\text{O}(3) = 2.285(3)$,
 $\text{Lu}(1)–\text{O}(1) = 2.367(3)$, $\text{Lu}(1)–\text{O}(2) = 2.390(3)$;
 $\text{C}(31)–\text{O}(3)–\text{Lu}(1) = 151.1(4)$,
 $\text{C}(41)–\text{O}(4)–\text{Lu}(1) = 162.3(4)$.

дельными значениями для $M–O–C$, авторы [8] делают вывод о преимущественно ионном характере химической связи лантанид–ацетамид в комплексных катионах $[\text{Ln}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]^{3+}$.

В полученном нами комплексе **I** значения углов $\text{Er}–\text{O}–\text{C}$ равны 152.23° и 161.72° ; в комплексе **II** углы $\text{Lu}–\text{O}–\text{C}$ равны 151.19° и 162.29° (рис. 1, 2). Очевидно, в соединениях **I** и **II**, так же как в $[\text{Ln}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{I}_3$ ($\text{Ln} = \text{Ce}, \text{Pr}, \text{Sm}, \text{Tb}, \text{Tm}, \text{Yb}, \text{Lu}$) [24] и в $[\text{Sm}(\text{AA})_4(\text{H}_2\text{O})_4]\text{X}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$) [12], реализуется преимущественно ионная связь.

Оба соединения **I** и **II** наряду с ранее изученными карбамидными комплексами бромидов РЗЭ [21] характеризуются наличием двух формульных единиц в элементарной ячейке (рис. 3 и 4) и большим числом водородных связей в структуре.

Отличия структуры ацетамидных и карбамидных комплексов могут быть обусловлены

тем, что карбамид, будучи плоской молекулой, при координации образует более компактную структуру. Таким образом, размещение плоских молекул карбамида вокруг центрального атома не встречает таких пространственных труд-

ностей, какие возникают в случае неплоской молекулы ацетамида. Это обстоятельство приводит к изменению взаимной ориентации лигандов при переходе от карбамидного к ацетамидному производному.

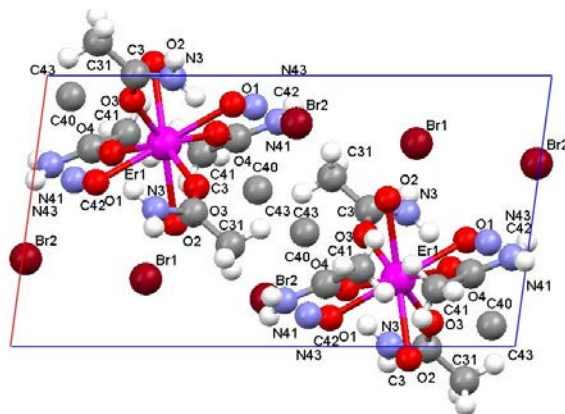


Рис. 3. Элементарная ячейка соединения I (проекция вдоль оси *a*).

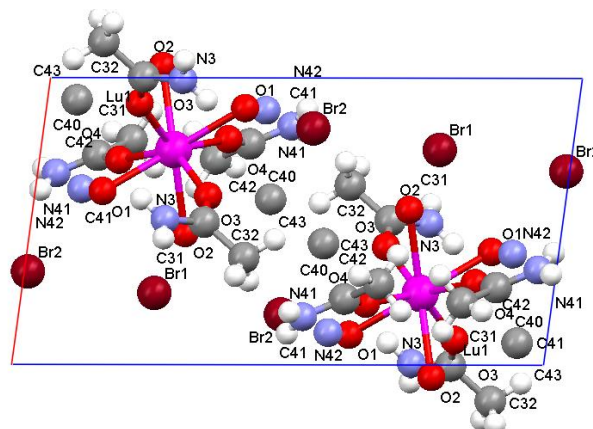


Рис. 4. Элементарная ячейка соединения II (проекция вдоль оси *a*).

Комплексные катионы образуют в пространстве слои, в которых плоские аминокгруппы лигандов соседних слоев располагаются друг напротив друга со сдвигом (а в случае ацетамидных комплексов – с почти перпендикулярным поворотом). Между слоями

комплексных катионов расположены бромид-анионы, образующие колонки. Бромид-анионы находятся во внешней сфере комплекса и участвуют в образовании водородных связей с атомами водорода аминокгрупп лиганда и молекул воды.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Clement O., Rapko B.M., Hay B.P. Structural aspects of metal-amide complexes // *Coord. Chem. Rev.* 1998. V. 170. P. 203–243.
2. Erxleben A., Mutikainen I., Lippert B. Conversion of acetonitrile into acetamide in the coordination spheres of *cis*- and *trans*-M^{II}(amine)₂ (M = Pt or Pd). Solution and crystal structural studies // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1994. P. 3667–3675.
3. Жолалиева З.М., Сулайманкулов К.С., Ногоев К.Н. Системы $\text{Ce}(\text{CH}_3\text{COO})_3 - \text{CO}(\text{NH}_2)_2 - \text{H}_2\text{O}$ и $\text{LaCl}_3 - \text{CH}_3\text{CONH}_2 - \text{H}_2\text{O}$ при 30°C // *Журн. неорг. химии.* 1976. Т. 21. № 8. С. 2290–2293.
4. Айтимбетов К., Сулайманкулов К., Батюк А.Г., Исмаилов М. Системы хлорид эрбия – ацетамид – вода и хлорид эрбия – тиомочевина – вода при 30°C // *Журн. неорг. химии.* 1974. Т. 19. №11. С. 3153–3155.
5. Ашимкулова Г.А., Ногоев К.Н., Сулайманкулов К.С. Растворимость в тройных системах из ацетамида, хлорида и сульфата иттрия при 30°C // *Журн. неорг. химии.* 1974. Т. 19. № 9. С. 2588–2590.
6. Аликберова Л.Ю., Альбов Д.В., Малиновская Г.О., Голубев Д.В., Кравченко В.В., Рукк Н.С. Синтез и строение комплексных соединений иодидов лантана, гадолиния и эрбия с ацетамидом // *Коорд. химия.* 2009. Т. 35. № 7. С. 556–560.
7. Голубев Д.В., Альбов Д.В., Кравченко В.В., Аликберова Л.Ю., Рукк Н.С. Структурные особенности кристаллических комплексов иодидов некоторых редкоземельных элементов с карбамидом и ацетамидом // *Коорд. химия.* 2010. Т. 36. С. 820–827.
8. Savinkina E.V., Golubev D.V., Grigoriev M.S. Ionic acetamide coordination in its complexes with rare-earth iodides // *J. Coord. Chem.* 2011. V. 64. №. 21. P. 3758–3766.
9. Hay B.P., Hancock R.D. The role of donor group orientation as a factor in metal ion recognition by ligands // *Coord. Chem. Rev.* 2001. V. 212. P. 61–78.
10. Hay B.P., Clement O., Sandrone G., Dixon D.A. A molecular mechanics (MM3(96)) force for metal-amide complexes // *Inorg. Chem.* 1998. V. 37. P. 5887–5894.
11. Аликберова Л.Ю., Альбов Д.В., Кибальников П.С., Зайцева М.Г., Кравченко В.В., Федорова Г.А., Рукк Н.С. О комплексах хлорида иттрия с карбамидом и ацетамидом // *Коорд. химия.* 2012. Т. 38. № 4. С. 251–255.
12. Аликберова Л.Ю., Альбов Д.В., Кибальников П.С., Федорова Г.А., Кравченко В.В. Ацетамидные комплексы хлорида и бромид самария // *Вестник МИТХТ.* 2013. Т. 8. № 2. С. 64–68.

13. Аликберова Л.Ю., Альбов Д.В., Кибальников П.С., Федорова Г.А., Кравченко В.В., Рукк Н.С. О продуктах взаимодействия хлорида и бромида гольмия с карбамидом // Вестник МИТХТ. 2012. Т. 7. № 2. С. 15–19.
14. Patrovsky V. Kompleksometrische titrationen (chelatometrie) XLIV. Yttriumbestimmung im gemische von yttriumerden // Coll. Czech. Chem. Comm. 1959. V. 24. P. 3305–3308.
15. Enraf-Nonius CAD-4 Software. Version 5. 0. Delft (The Netherlands): Enraf-Nonius, 1989.
16. Farrugia L.J. WinGX Suite for single crystal small molecule crystallography // J. Appl. Cryst. 1999. V. 32. P. 837–838.
17. Sheldrick G.M. SHELXS 97 and SHELXL 97. Göttingen (Germany): Univ. of Göttingen, 1997.
18. Macrae C.F., Edgington P.R., McCabe P., Pidcock E., Shields G.P., Taylor R., Towler M., van de Streek J. Mercury: Visualization and analysis of crystal structures // J. Appl. Cryst. 2006. V. 39. P. 453–457.
19. Киперт Д. Неорганическая стереохимия : пер. с англ. – М.: Мир, 1985. 280 с.
20. Порай-Кошиц М.А., Асланов Л.А. Некоторые аспекты стереохимии восьмикоординационных комплексов // Журн. структ. химии. 1972. Т. 13. № 2. С. 266–276.
21. Аликберова Л.Ю., Альбов Д.В., Кибальников П.С., Рукк Н.С. Комплексные соединения галогенидов некоторых РЗЭ с карбамидом и ацетамидом: синтез и строение / Сб. тезисов докл. Всерос. научн. конф. с междунар. участием «Успехи синтеза и комплексообразования». М., Россия, 18–22 апреля 2011. – М.: РУДН, 2011. С. 227.

CRYSTALLINE COMPLEXES OF ERBIUM BROMIDE AND LUTETIUM BROMIDE WITH ACETAMIDE

L.Yu. Alikberova[@], *D.V. Albov, P.S. Kibal'nikov, G.A .Fedorova, M.G. Zaitseva

M.V. Lomonosov Moscow State University of Fine Chemical Technologies, Moscow, 119571 Russia

**M.V. Lomonosov Moscow State University, Chemistry Department, Moscow, 119991 Russia*

[@]Corresponding author e-mail: alikberovalyu@mail.ru

New acetamide complexes of erbium and lutetium bromides $\text{LnBr}_3 \cdot 4\text{AA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, ($\text{Ln} = \text{Er}, \text{Lu}$; AA – acetamide) were synthesized. The resulting complexes were characterized by chemical analysis, infrared spectroscopy and X-ray diffraction method. It is shown that the coordination of the ligands (water molecules and acetamide) by the lanthanide atoms occurs through the oxygen atoms, and the coordination polyhedron is a distorted square antiprism ($\text{CN} = 8$). The bromide ions are not coordinated and are located in the outer sphere. The degree of ionic character of the lanthanide–acetamide bonds was estimated. The structural characteristics of the complexes $[\text{LnL}_4(\text{H}_2\text{O})_4] \text{Br}_3$ ($\text{Ln} = \text{Er}, \text{Lu}$; $\text{L} = \text{AA}$) were compared.

Key words: complex compounds, structure, acetamide, erbium, lutetium, bromide, the coordination polyhedron.